

Chemie-Engineering-Technik 2007, 79, Nr. 4

Magnetfeldüberlagerte Pressfiltration

Christian Eichholz*, Mathias Stolarski, Benjamin Fuchs und Hermann Nirschl

Die magnetfeldüberlagerte Pressfiltration kombiniert klassische Filtration und Magnettechnologie in einer neuartigen Weise. Durch ein überlagertes Magnetfeld kann dabei der Kuchen Aufbau in der Filterzelle gezielt gesteuert werden. Zusätzlich bildet sich im Filterkuchen durch interpartikuläre magnetische Wechselwirkungen eine gerichtete Struktur aus. Beide Effekte führen zu einem geringeren Gesamtfiltrationswiderstand.

Schlagwörter: Filterkuchen, Magnetische Verfahren, Pressfiltration

Eingegangen: 2. November 2006; *akzeptiert:* 15. Januar 2007

Vor allem bei der Filtration von nanoskaligen partikulären Systemen führen hohe spezifische Kuchenwiderstände zu langsamer Filtrationskinetik und so zu ökonomischer Ineffizienz.

Die externe Magnetkraft ermöglicht nun, Fluid- und Feststoffbewegung zu entkoppeln. Dadurch wird ein zusätzlicher Freiheitsgrad gewonnen.

1 Einleitung

Der Einsatz magnetischer Felder beschränkte sich bisher hauptsächlich auf reine Sortierungsprozesse in der Erzverarbeitung und im Recycling [1]. Im Gegensatz dazu handelt es sich bei der vorgestellten Anwendung um ein hybrides Verfahren, bei dem das Magnetfeld direkt eine klassische Pressfiltration beeinflusst. Vor allem bei der Filtration von nanoskaligen partikulären Systemen führen hohe spezifische Kuchenwiderstände zu langsamer Filtrationskinetik und so zu ökonomischer Ineffizienz. Die Überlagerung eines Magnetfeldes bietet durch Reduzierung des Filtrationswiderstands die Möglichkeit, diese Probleme zu verringern. Die neue Technologie besitzt großes Potenzial bei der Herstellung und Verarbeitung magnetischer nanoskaliger Pigmente, beispielsweise für Speichermedien oder für Bioseparationsprozesse mit funktionalisierten magnetischen Nanokompositen [2].

Diese Arbeit zeigt den Effekt eines überlagerten Magnetfeldes auf die Pressfiltration von ferromagnetischen Eisenoxidpartikeln (Fe_3O_4). Experimentelle Untersuchungen mit einer Laborfilterpresse und einem Elektromagneten belegen die Beschleunigung der Filtrationskinetik. Durch die Kombination von neuer Hybrider und klassischer Prozessführung können darüber hinaus die Vorteile beider Verfahren genutzt werden.

2 Theorie

Hinsichtlich ihrer magnetischen Eigenschaften werden Materialien in dia-, para- und ferromagnetisch unterteilt. Die Zuordnung erfolgt aufgrund der volumetrischen Suszeptibilität χ , die das Verhalten des jeweiligen Materials in einem magnetischen Feld beschreibt.

Ferromagnetische Materialien ($\chi \gg 0$) verstärken lokal das externe Feld und erfahren dadurch eine Kraft in Richtung des stärker werdenden externen Feldes [3]. Abhängig von der Suszeptibilität und der Magnetfeldstärke wird das Material bis zu einer bestimmten Magnetisierung M magnetisiert. Die resultierende Magnetkraft auf ein Partikel kann als Funktion der Magnetisierung M_p , des Partikelvolumens V_p und des Gradienten des externen Feldes ∇H dargestellt werden:

$$F_M = \mu_0 V_p \rho_p M_p \nabla H = V_p \rho_p M_p \nabla B \quad (1)$$

mit μ_0 der magnetischen Permeabilität im Vakuum und ∇B dem Gradienten der magnetischen Flussdichte. Ohne Feldgradient existiert also keine externe magnetische Kraft.

Aber auch in einem homogenen Magnetfeld sind magnetische Effekte zu beobachten. Aufgrund interpartikulärer Wechselwirkungen beeinflussen sich die Partikel gegenseitig. Magnetisierbare Partikel, die einem magnetischen Feld ausgesetzt sind, bilden ihrerseits magnetische Nord- und Südpole aus und wirken als kleine Magnete [4, 5]. In Richtung der magnetischen Feldlinien ziehen sich benachbarte Partikel an, während sie sich senkrecht dazu abstoßen; dies führt zur Ausbildung kettenförmiger Agglomerate [6].

In einem klassischen Filtrationsprozess folgen die Partikel dem Flüssigkeitsstrom und lagern sich zu Beginn auf dem Filtermedium und bei fortgeschrittener Filtrationsdauer auf dem gebildeten Filterkuchen ab. Filtermedium und Filterkuchen besitzen einen Filtrationswiderstand, der durch das treibende Druckgefälle überwunden wird. Die externe Magnetkraft ermöglicht nun, Fluid- und Feststoffbewegung zu entkoppeln. Dadurch wird ein zusätzlicher Freiheitsgrad gewonnen [7], mit dem der Filterkuchenaufbau in der Filterkammer gesteu-

ert werden kann. Der Kuchenaufbau wird verzögert bzw. bei entsprechenden Prozessbedingungen zu Beginn vollständig unterbunden. Das Filtermedium wird dabei von Partikeln frei gehalten, sodass das Filtrat nahezu ohne Widerstand durch das Filtermedium strömt.

Des Weiteren führen die interpartikulären Wechselwirkungen bei einsetzendem Filterkuchenaufbau zu einer Strukturierung des Feststoffaufwerks und somit zu höherer Porosität und Permeabilität. Hydrodynamische Kräfte wirken dabei der Strukturierung entgegen. Der Zusammenhang zwischen interpartikulären Wechselwirkungen und hydrodynamischen Kräften wird an anderer Stelle mit Hilfe eines Strukturparameters beschrieben [8].

Die Verbesserung der Filtrationskinetik aufgrund des überlagerten Magnetfeldes wird durch den Kinetikfaktor k_t (Gl. (2)) erkennbar, der die Filtrationszeiten der magnetfeldüberlagerten und klassischen Pressfiltration bei der relativen Füllrate Φ der Filterkammer vergleicht. Die Füllrate ist dabei auf den maximalen Feststoffgehalt der klassischen Pressfiltration bezogen:

$$k_t = \frac{t(\Phi_{\text{magnetfeldüberlagert}})}{t(\Phi_{\text{klassisch}})} \quad (2)$$

Ein Nachteil der Filtration mit überlagertem Magnetfeld besteht in der geringeren Kapazität der Filterkammer. Aufgrund des strukturierten poröseren Filterkuchens kann bei konstanter Druckdifferenz weniger Suspension und damit weniger Feststoff zugeführt werden. Die relative Füllrate ist damit stets kleiner als Eins. Um die verbesserte Kinetik effektiv auszunutzen zu können, ist es notwendig, den neuen Prozess der magnetfeldüberlagerten Pressfiltration weiter zu optimieren. Eine Möglichkeit besteht darin, feldüberlagerte und klassische Pressfiltration als Serienschaltung zu realisieren.

3 Materialien und Methoden

Die Pressfilterzelle besteht aus einem Kuchenbildungsring mit Suspensionszulauf. Auf beiden Seiten wird die Kammer durch Filterplatten abgeschlossen. Als Filtermedium, eingebaut zwischen Kuchenbildungsring und Filterplatten, wird die Membran Pall Ultrapore verwendet (Porendurchmesser 1,2 μm , spezifischer Wasserpermeatfluss 139 $\text{mL bar}^{-1}\text{cm}^{-2}\text{min}^{-1}$). Für die Versuche steht ein Elektromagnet der Firma Steinert Elektromagnetbau GmbH mit einem Maximalfeld von 0,4 T zur Verfügung. In die Bohrung der Magnetspule ist ein Eisenkern eingelassen, auf dem die Filterzelle horizontal,

oberhalb des Magneten platziert wird. Die in den Versuchen wirkende Feldstärke beträgt 0,1 T.

Um zwischen beiden Seiten der Filterkammer zu unterscheiden, werden die Filterflächen im Weiteren abhängig von ihrem Abstand zum Magneten benannt. Die Filterfläche, die dem Magneten zugewandt ist und somit einem höheren Magnetfeld ausgesetzt ist, wird als Magnetseite bezeichnet, die andere Seite dementsprechend als Nichtmagnetseite. Während der Filtration wird kontinuierlich Suspension bei voreingestellter Druckdifferenz zugeführt. Gleichzeitig wird die anfallende Filtratmasse als Funktion der Versuchsdauer registriert. Nach Abschluss der Filtration erfolgt eine gravimetrische Analyse des Filterkuchens zur Bestimmung von Feststoffgehalt und Porosität. Für alle Experimente wird eine Suspension aus ferromagnetischem Eisenoxid (Bayoxide® E8706, $c_v = 12\%$) und demineralisiertem Wasser verwendet. Die mittlere Partikelgröße beträgt 1,3 μm . Es werden Versuche mit überlagertem und ohne überlagertes Magnetfeld durchgeführt. Bei der Untersuchung der Kombinationsschaltung wird die Filtration mit überlagertem Magnetfeld begonnen, zu einem definierten Zeitpunkt wird der Elektromagnet bei andauernder Filtration abgeschaltet. In der vorliegenden Arbeit wird exemplarisch ein Abschaltzeitpunkt nach 20 Sekunden untersucht, da bei einem Filtrationsdruck von 0,8 bar bei der reinen Magnetfiltration zu diesem Zeitpunkt eine starke Abnahme des Filtratstroms beobachtbar ist.

4 Ergebnisse und Diskussion

Abb. 1 zeigt verschiedene Filtratmassensignale für magnetische und nicht magnetische Filtration sowie für die Kombinationsschaltung bei verschiedenen Differenzdrücken. Bei beiden Drücken wird der starke Einfluss eines externen Magnetfeldes auf die Filtrationskinetik bei der Filtration magnetischer Partikel deutlich. Verantwortlich sind hierfür die zuvor erläuterten Effekte des Magnetfeldes.

Die externe Magnetkraft verursacht dabei zu Beginn eines Zyklus einen stärkeren Kuchenaufbau auf der Magnetseite der Filterkammer. Dies bedeutet gleichzeitig eine Verringerung des Kuchenaufbaus auf der Nichtmagnetseite. Wegen des geringeren Filterkuchenwiderstands tritt dort zunächst ein erhöhter Filtratstrom auf. Sind an beiden Flächen Filterkuchen gebildet, bewirken die interpartikulären magnetischen Kräfte vor allem auf der Magnetseite eine Strukturierung des Filterkuchens in Richtung des externen Feldes. Der so struk-

Die interpartikulären Wechselwirkungen führen bei einsetzendem Filterkuchenaufbau zu einer Strukturierung des Feststoffaufwerks und somit zu höherer Porosität und Permeabilität.

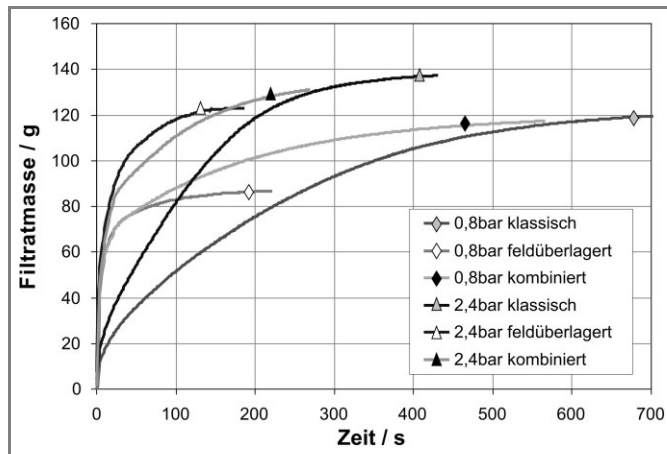


Abbildung 1. Filtratmassen für verschiedene Differenzdrücke mit überlagertem und ohne überlagertes Magnetfeld.

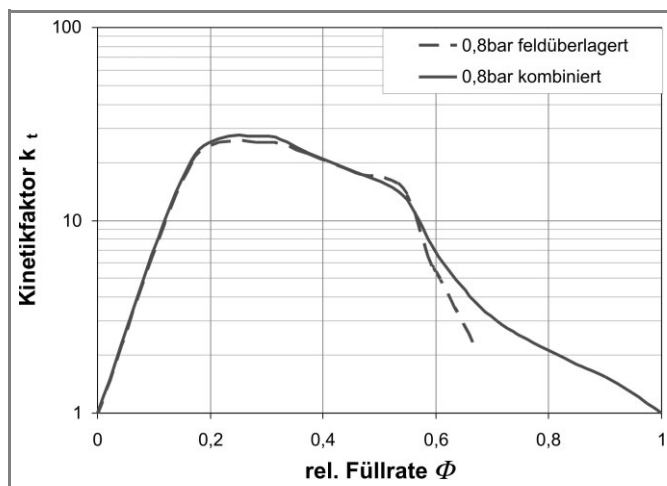


Abbildung 2. Änderung des Kinetikfaktors k_t mit der relativen Füllrate Φ .

Das überlagerte Magnetfeld verbessert die Filtrationskinetik vor allem bei geringen Füllraten. Die Filtration kann um bis zu einem Faktor 30 beschleunigt werden.

turierte Filterkuchen besitzt eine erhöhte Permeabilität bzw. einen geringeren Widerstand. Dieses Verhalten innerhalb der Zelle konnte durch eine Studie der Filtratmassenströme der einzelnen Filterflächen mit Permanentmagneten belegt werden [8].

Wie an der geringeren Filtratmasse zu erkennen, ist die Kapazität der Filterzelle bei der magnetfeldüberlagerten Filtration deutlich geringer. Dieser Nachteil kann durch die neue Kombinationsschaltung ausgeglichen werden. In einem ersten Schritt wird der Vorteil der verbesserten Filtrationskinetik ausgenutzt; in einem zweiten Schritt ohne überlagertes Magnetfeld können Porosität und Kapazität der Filterzelle den Werten der klassischen Filtration angenähert werden. Durch die interpartikulären Magnetkräfte kann das Feststoffgerüst in der Filterkammer den aufgesteuerten Differenzdruck abbauen. Wird das Magnetfeld deaktiviert, reicht die Stabilität des Haufwerks nicht mehr aus, die Struktur des Filterkuchens

kollabiert, und es kann weiter Suspension zugeführt werden.

Vor allem für geringe Drücke hat die Fortführung der Filtration ohne überlagertes Feld positiven Einfluss. Bei hoher Druckdifferenz ist im vorliegenden Fall das Gegenteil zu beobachten. Da der Magnet nur kurze Zeit (20 s) eingeschaltet ist, kann aufgrund der starken hydrodynamischen Kräfte der Vorteil der Magnetkräfte im Vergleich zur reinen Magnetfiltration nicht vollständig ausgenutzt werden. Der optimale Abschaltzeitpunkt ist also eine Funktion des angelegten Filtrationsdruckes. Eine verlängerte feldunterstützte Filtrationsphase sollte allerdings auch hier zu der erwarteten Verbesserung führen. Bewertet man in Abb. 1 den Filtratverlauf der reinen Magnetfiltration bei 2,4 bar nach der Abnahme des Filtratstroms, sollte der optimale Abschaltzeitpunkt statt bei 20 s bei ca. 40 s liegen.

Den Einfluss des Magnetfeldes und der verschiedenen Prozessführungen auf Kinetik und Kapazität der Zelle zeigt der Kinetikfaktor k_t in Abb. 2. Das überlagerte Magnetfeld verbessert die Filtrationskinetik vor allem bei geringeren Füllraten. Die Filtration kann um bis zu einem Faktor 30 beschleunigt werden. Bis zum Abschaltzeitpunkt des Magneten bei einer Füllrate von $\Phi = 0,57$ verlaufen beide Kurven erwartungsgemäß identisch. Danach zeigt sich der Vorteil der Kombinationsschaltung. Während k_t von der reinen Magnetfiltration schnell abfällt und eine maximale Füllrate von $\Phi = 0,66$ erreicht wird, erlaubt die Kombinationsschaltung, die Füllrate zu erhöhen. Erhöhte Füllrate und damit niedrigere Restfeuchte werden allerdings auf Kosten der Filtrationskinetik erzielt. Um die Restfeuchte zusätzlich zu verringern wird empfohlen, die Filtration in einer Membranfilterpresse durchzuführen. Durch die mechanische Kompression könnte dabei der Filterkuchen weiter entfeuchtet werden.

Die verbesserte Filtrationskinetik wird auch durch Abb. 3 unterstrichen, die den berechneten spezifischen Massendurchsatz an trockener Feststoffmasse bei Gleichgewichtsbedingungen in der Filterzelle zeigt. Während sich bei der klassischen Filtration der Feststoffdurchsatz mit sinkendem Filtrationsdruck verringert, tritt in der magnetfeldüberlagerten Filtration genau der gegenteilige Effekt auf. Je nach angelegter Druckdifferenz und angelegtem Magnetfeld dominieren entweder die hydrodynamischen oder die magnetischen Kräfte die Partikelbewegung. Bei geringen Drücken sind die Magnetkräfte stark genug, die Kuchenbildung an der Nichtmagnetseite zu Beginn zu unterbinden und den Filterkuchen zu strukturieren. In Analogie zur Elektropress-

filtration resultiert daraus ein geringerer spezifischer Kuchenwiderstand [9]. Mit steigendem Differenzdruck gleichen die hydrodynamischen Kräfte vor allem die externen Magnetkräfte mehr und mehr aus, sodass sich die Steigungen zwischen klassischer und feldüberlagerter Filtration in Abb. 3 kaum unterscheiden.

Bei der Betrachtung der Gleichgewichtszustände wäre der Vorteil der Kombinationsschaltung nicht erkennbar, weil der Endzustand identisch mit dem der reinen klassischen Pressfiltration ist. Da aber auch bei der industriellen Filtration der Prozesspunkt normalerweise nicht im Gleichgewichtszustand liegt, wird der Prozess exemplarisch nach 100 und 200 Sekunden abgebrochen, um die Ergebnisse dann zu vergleichen. Es ist hier ebenfalls die deutliche Verbesserung durch die reine Magnetfiltration im Vergleich zur klassischen Prozessweise erkennbar.

Abb. 4 zeigt, dass die erzielte Verbesserung durch das überlagerte Magnetfeld für kürzere Filtrationszeiten – hier 100 Sekunden – größer ist als für längere Filtrationszeiten. Dies liegt vor allem an dem höheren Einfluss des externen Magnetfelds im ersten Abschnitt des Filtrationsprozesses. So kann für 200 Sekunden eine Verbesserung um 7 % erzielt werden, bei 100 Sekunden erhöht sich der spezifische Massendurchsatz sogar um 29 %. Es empfiehlt sich also, mehrere kurze, aber hoch effiziente Filtrationsschritte durchzuführen anstatt eines ineffizienten. Der anzustrebende Einsatzbereich der magnetfeldüberlagerten Pressfiltration liegt demnach bei geringen Filtrationsdrücken und kurzen Filtrationszeiten. Zu beachten ist allerdings, dass bei diesen Betrachtungen keine Totzeiten berücksichtigt wurden.

Ein zusätzlicher Gewinn von jeweils 10 % zeigt sich in der vorgeschlagenen Kombination aus 20 Sekunden Magnetfiltration und klassischer Filtration für geringe Filtrationsdrücke. Des Weiteren lässt sich auch hier durch die Abnahme der Verbesserung der geringere Einfluss der Magnetkräfte bei höheren Filtrationsdrücken erkennen. Der geringere Durchsatz gegenüber der reinen Magnetfiltration bei 100 s Filtrationsdauer zeigt den bereits erwähnten Einfluss des Filtrationsdrucks auf den optimalen Abschaltzeitpunkt des Magnetfeldes.

Aus den Abbn. 3 und 4 folgt außerdem, dass es möglich ist, durch die Überlagerung eines Magnetfeldes den gleichen Durchsatz bei wesentlich geringerem Filtrationsdruck zu erzielen. Die benötigte Kompressionsenergie kann dadurch deutlich reduziert werden. Für eine industrielle Umsetzung bliebe im Einzelfall zu

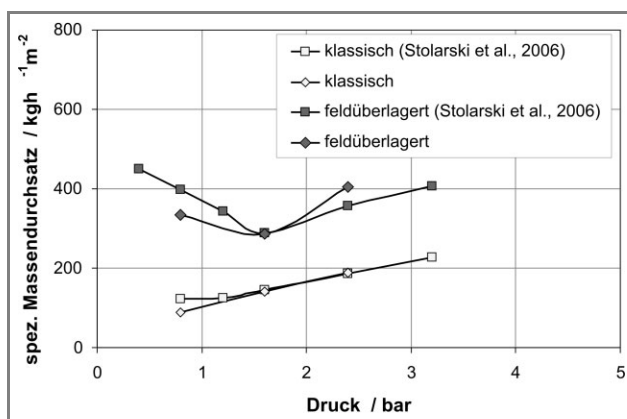


Abbildung 3. Spezifischer Massendurchsatz von trockener Feststoffmasse berechnet für quasikontinuierlichen Betrieb (Gleichgewichtszustand).

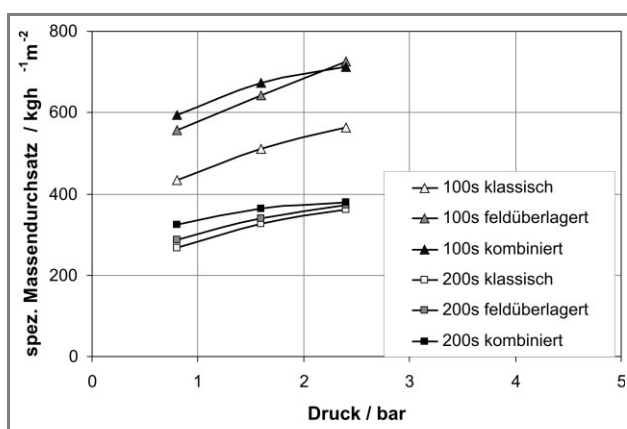


Abbildung 4. Spezifischer Massendurchsatz von trockener Feststoffmasse berechnet für quasikontinuierlichen Betrieb (vorzeitiger Abbruch der Filtration).

prüfen, ob dieses den Einsatz von elektromagnetischen Feldern rechtfertigt.

5 Schlussfolgerung

Es wurde gezeigt, dass die Überlagerung eines Magnetfeldes die klassische Pressfiltration positiv beeinflusst. Die Filtrationskinetik kann bis um den Faktor 30 gesteigert werden. Dies bedeutet, dass der spezifische Massendurchsatz an Trockensubstanz signifikant um bis zu 39 % erhöht werden kann. Entsprechend kann bei konstantem Durchsatz der benötigte Filtrationsdruck reduziert werden.

Der Einsatz elektromagnetischer Felder hat erwiesen, dass der Filterkuchenaufbau in der Pressfilterzelle gezielt beeinflusst werden kann. Die geeignete Kombination von Magnetfiltration und klassischer Pressfiltration verstärkt die positiven Effekte zusätzlich. Der neu eingeführte Kinetikparameter k_t stellt diese Verbesserung eindeutig dar.

Der Einsatz elektromagnetischer Felder hat erwiesen, dass der Filterkuchenaufbau in der Pressfilterzelle gezielt beeinflusst werden kann. Die geeignete Kombination von Magnetfiltration und klassischer Pressfiltration verstärkt die positiven Effekte zusätzlich.

Die Autoren bedanken sich beim BMWi und dem Forschungszentrum Karlsruhe, bei der Bokela GmbH, Steinert Elektromagnetbau GmbH und der Wolftechnik GmbH, bei DuPont PARSAT und bei der Lanxess AG. Durch die Unterstützung kann die Forschung auf dem Gebiet der Magnetseparation fortgeführt werden.

Vortrag anlässlich der Sitzung des GVT-Fachausschusses „Mechanische Flüssigkeitsabtrennung“, 15. März 2006 in Karlsruhe.

Formelzeichen

c_v	[-]	Volumenkonzentration
B	[T]	magnetische Flussdichte
F_m	[N]	Magnetkraft
H	[A m ⁻¹]	magnetische Feldstärke
k_t	[-]	Kinetikfaktor
M	[A m ² kg ⁻¹]	Magnetisierung
M_p	[A m ² kg ⁻¹]	Magnetisierung eines Einzelpartikels
t	[sec]	Zeit
V_p	[m ³]	Partikelvolumen
Φ	[1]	relative Füllrate
χ	[1]	volumetrische Suszeptibilität
μ_0	[V s A ⁻¹ m ⁻¹]	magnetische Permeabilität des Vakuums (= 1,257 · 10 ⁻⁶ V s A ⁻¹ m ⁻¹)
ρ_p	[kg m ⁻³]	Feststoffdichte eines Partikels

Dipl.-Ing. C. Eichholz

(christian.eichholz@mwm.uni-karlsruhe.de),

Dipl.-Ing. M. Stolarski,

Prof. Dr.-Ing. H. Nirschl,

Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Universität Karlsruhe (TH), Kaiserstraße 12, D-76131 Karlsruhe, Germany;

Dr.-Ing. B. Fuchs,

DuPont, Experimental Station, Wilmington, DE 19880, USA.

Literatur

- [1] J. Svoboda, *Magnetic Methods for the Treatment of Minerals, Developments in Mineral Processing*, Elsevier Sc. Publishers, Amsterdam 1987.
- [2] I. Safarik, L. Ptackova, M. Safarikova, Large-scale Separation of Magnetic Bioaffinity Adsorbents, *Biotechnol. Lett.* **2001**, 23, 1953.
- [3] J. Oberteuffer, Magnetic Separation: A Review of Principles, Devices and Applications, *IEEE Trans. Magn.* **1974**, 10 (2), 223.
- [4] J. Svoboda, The Influence of Surface Forces on Magnetic Separation, *IEEE Trans. Magn.* **1982**, 18 (3), 862.
- [5] C. Tsouris, T. Scott, Flocculation of Paramagnetic Particles in a Magnetic Field, *J. Colloid Interface Sci.* **1995**, 171, 319.
- [6] R. W. Chantrell, A. Bradbury, J. Popplewell, S. W. Charles, Agglomerate Formation in a Magnetic Fluid, *J. Appl. Phys.* **1982**, 53 (3), 2741.
- [7] B. Fuchs, M. Stolarski, W. Stahl, H. Nirschl, Magnetic Field Enhanced Cake Filtration, *Filtration* **2006**, 6 (4), 333.
- [8] M. Stolarski, B. Fuchs, S. Bogale, C. Eichholz, H. Nirschl, Magnetic Field Enhanced Press-filtration, *Chem. Eng. Sci.* **2006**, 61, 6395.
- [9] K. Weber, W. Stahl, Improvement of Filtration Kinetics by Pressure Electrofiltration, *Sep. Purif. Technol.* **2002**, 26, 69.